

**PRODUCTION OF AMINOALKYLSULFONIC ACID COMPOUNDS**

**Patent number:** JP4149168  
**Publication date:** 1992-05-22  
**Inventor:** HAGIWARA YASUNOSUKE; SEKI RYOICHI; KUWAZUKA  
TOSHIAKI; TANAKA YOSHINORI  
**Applicant:** MITSUI TOATSU CHEMICALS  
**Classification:**  
- international: C07C303/02; C07C303/32; C07C309/14  
- european:  
**Application number:** JP19900272282 19901012  
**Priority number(s):** JP19900272282 19901012

**Abstract of JP4149168**

**PURPOSE:**To safely and readily obtain the subject compound in high yield and purity by continuously charging a halogenated alkylamine hydrohalide salt and a sulfite salt in a specific ratio, reacting the compounds with each other at a specific temperature and continuously discharging the reaction solution. **CONSTITUTION:**1 Mole of a halogenated alkylamine hydrogen halide salt of formula I (R1 to R3 are H, 1-3C alkyl or OH-having 1-3C alkyl; X is Cl, Br, I; (n) is 2 or 3) and 1.0-1.5 moles of a sulfite salt of formula II (M is alkali metal ion or ammonium ion) are continuously charged to a reactor, reacted with each other at 0-100 deg.C for a prescribed time and subsequently continuously discharged to continuously provide the objective compound expressed by formula III, useful as an intermediate raw material for medicines, surfactants, pH-buffering agents, etc., in high yield and purity from the inexpensive raw materials. Especially, the 2-aminoethylsulfonic acid itself has pharmacological activities such as detoxication, fatigue recovery and nutritious robustness.

---

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

**JP-A-4-149168 (Machine translation)**

(57)Because this official report is application data of [ summary ] before the electronic patent application, the data of the summary is not recorded.

[ patent claim ]

(1)General type(I)

- \* that includes expression, chemical formulae, and table, etc.(I)

(Even if the alkyl groups of hydrogen atom and number 1?3 of carbons or the alkyl groups of number 1?3 of carbons that has the hydroxyl are shown, and it is mutually the same, R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub>, and R<sub>3</sub> may be different in the expression. X shows chlorine, bromine or the iodine, and n shows the integer of 2 or 3. )It supplies it to a reactive machine continuously at the rate of sub-sulfate 1.0?1.5 mole shown by 1 halogenation hydrogen acid salt mole and general (II) M<sub>2</sub>SO<sub>3</sub>(II) (Expression inside and M show an alkali metallic ion or the ammonium ion) of shown a halogenation alkyl amines of. Manufacturing method of amino alkyl sulfone acids that make it react at temperature of 0?100°C and are shown by \* (III) (Expression inside and R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub>, and n show the same meaning in case of the case of general type (I)) that includes \* expression, chemical formulae, and a general table, etc. characterized by continuously pulling out a reactive liquid.

[ detailed explanation of invention ]

The use field on industry this invention concerns the method of continuously manufacturing the amino alkyl sulfone acids from high yield.

Two aminoethylsulfonic acids are a useful compounds as the middle raw materials such as the medicine, surface-active agents, and the PHII passage medicines the amino alkyl sulfone acids, and especially compounds that have the detoxication, the tiredness recovery, and the pharmacologic action of robust nourishment, etc. by the one and are extremely useful.

Past technology

It is around to manufacturing the amino alkyl sulfone acids so far.

- Sulfurous acid gass..water..react..have..method..substitution..hydrogen peroxide..oxidize..method..know..method..raw material..extremely..highly toxic..carcinogenicity..provide..expensive..inhale..heart pain..cough..breathing difficulties..cause..sulfurous acid gass..with..safety..problem. Moreover, it is an extreme generation of heat reaction and there is a big problem in a reactive control when industrial producing.

- There is a problem on safety to drink and to use a dangerous, on handling large hydrogen peroxide about the method. Ketones by-product are collected, recycling is needed, and the operation is more complex. Next, method

(Ind,Eng,Chem.,39906(1947);J,Am,Chem,Soc.,58191(1936)) of the problem's on safety making the halogenation hydrogen acid salt react as a little method with the sulfite salt of two \* ? Harogenoetilamin is known. However, this method is and is as for the following faults. It is still insufficient to industrialize, needs the sulfite salt of large excessive to raise yield in addition, and the separation and the collection are serious though it is yield 80% and comparatively high yield in two ? Bromuethylamin. And, as the improvement method

(1)It is a method of controlling the sub-reaction because division is added (special prayer Akira 57?155284) in the solution of the heated sulfite salt as for the halogenation alkyl amine.

(2)There is a method of gradually raising a reactive temperature after the halogenation alkyl amine is separately added in the solution of the heated sulfite salt and making it react (special open Akira 60?23361). To manufacture it industrially, a reactive form becomes ..time.. type reactive, and however, it becomes manipulatory complex and is undesirable in each method the description only of the control of the sub-reaction.

Problem that invention starts solving

This inventors offer the means to be extremely safe the raw material and to manufacture handling fortune-telling method industrially.

Means to solve problem

First of all, it is already-known in reactive systems of the sulfite salt and a halogenation alkyl amines that three kinds of reactions shown as follows have taken place.

The sub-reaction product shown by reactive type (2) (3) was able to be done easily, and to take reactive time too much, to confirm to industrial mass production it unsuitable, and to improve this respect again, the main reaction shown by reactive type (1) was examined zealously in the becoming it method of the previous description of improvement method (1) and (2) though it will be possible to synthesize in a short time under the return current condition.

As a result, it came to find to the reaction being able to manufacture the amino alkyl sulfone acids of high purity at a low price by continuously supplying the solution of the sulfite salt of this amount and the halogenation hydrogen acid salt of a halogenation alkyl amines to a reactive machine, and beginning to react during the fixed time in an in large quantities and high yield, and to complete this invention.

That is, this invention is ? ceremony. (+)

(Even if the alkyl groups of hydrogen atom and number 1?3 of carbons or the alkyl groups of number 1?3 of carbons that has the hydroxyl are shown, and it is

mutually the same, R<sub>8</sub>, R<sub>2</sub>, R, and s may be different in the expression. X shows chlorine, bromine or the iodine, and n shows the integer of 2 or 3. )It supplies it to a reactive machine continuously at the rate of sub-sulfate 1.0?1.5 mole shown by 1 salt mole of halogenation water 1m, general (II) M<sub>2</sub>So, and (n) (Expression inside and M show an alkali metallic ion or the ammonium ion) of shown a halogenation alkyl amines of. It is made to react during the fixed time at the temperature of 0?100" C and it is concerning the manufacturing method of the amino alkyl sulfone acids shown by general type (III) (Expression inside and R<sub>1</sub>, R<sub>z</sub>, R<sub>s</sub>, and n show the same meaning in case of the case of general type (1)) characterized by continuously pulling out a reactive liquid.

As the sulfite salt used by this invention method, it is a sub-sodium sulfide, a sub-potassium sulfate or a sub-sulfuric acid ammonium.

Moreover, two Harogenoetilamin and N? as the halogenation alkyl amine. Methylic?Two ? Harogenoetilamin and N?Ethyl?Two ? Harogenoetilamin and N?(two hydroxy ethyl)?Two Harogenoetilamin and N?Propyl?Harogenopropilamin and N? of two ? Harogenoetilamin and 3Methylic?Harogenopropilamin and N? of three ? Harogenopropilamin and 2(two ? hydroxy propyl)?Harogenopropilamin and one two ? methylic. It is two ? Harogenoetilamin and 2 Harogenobtilamin etc.The halogen is easily producible in these compounds by the method of making the halogenation hydrogen acid act on method (Ger,Offen,2701215(1978)) and \* Alcanorlamin that makes chloridization Tionil react to a well-known method of these compounds that either chlorine, bromine or the iodine may, that is, \* Alcanorlamin etc.

This invention method adds the solution of the heated sulfite salt to the reactive machine heated at a prescribed temperature by dividing a prescribed supply speed continuously or intermittently. The halogenation hydrogen acid salts of a halogenation alkyl amines are obtained, and it adds as it is at the same time by divide as solution a prescribed supply speed continuously or intermittently, a reactive liquid is pulled out from a reactive machine at the same time continuously or intermittently, and the solution of aimed the amino alkyl sulfone acids is obtained. As for the halogenation hydrogen acid salts of a halogenation alkyl amines, because there are a lot of moisture absorption one, it is manipulatory and easier to supply it as solution.

As for the density of the solution of the sulfite salt, the density from 10% to saturation is desirable. A reactive device industrially becomes large-scale, and it is not economical, and because the operation that collects the sulfite salt in a reactive liquid is needed, so not desirable though progresses enough even in the density of

less than 10% the reaction though assume more than saturation the sulfite salt and not hindered as a state of the slurry.

Moreover, the densities of the solution of the halogenation hydrogen acid salts of a halogenation alkyl amines are desirable saturation from 10%.

Because the device enlarges industrially, it is not economical though is even less than 10% all right.

At the supply speed of the sulfite salt, it supplies to the amount of the supply of the halogenation hydrogen acid salts of the corresponding halogenation alkyl amines at the speed of 1.0?1.5 time this amount, and desirability is a speed of 1.05?1.25 time this amount. To cause the sub-reaction with undesirable halogenation alkyl amines of excessive by less than one this amount, the yield decrease is caused. When it ..this amount.. exceeds it moreover by 1.5 times, it becomes a problem and the collection of the sulfite salt of excessive and abandonment, etc. are undesirable.

In a reactive temperature when the halogenation hydrogen acid salts of a halogenation alkyl amines are supplied, 0?100°C desirable, and desirability or more are 40?70°C. Reactive time, that is, the stay time becomes long and enlargement of a reactive machine and two or more reactive machines are needed though the reaction progresses at even less than 40°C. The effect of the control of the sub-reaction decreases when exceeding it and yield worsens to 70°C. As for the stay time in addition, 15?50 hour is desirable in the range of 40?70 °C. 10?70 hour desirable, more desirable

The reaction becomes insufficient for less than 15 hours and the amino alkyl sulfone acid at which it aims in high yield is not obtained. The stay time is adjusted according to the amount of the supply of the raw material according to the size and the liquid level etc. of a reactive device though only an amount of the supply of the solution of the halogenation hydrogen acid salts of a halogenation alkyl amines that are the raw materials and the sulfite salts and the same amount of abbreviation pull out a reactive liquid continuously or intermittently. The method that is single Hana is from a reactive liquid to already-known after it reacts of the amino alkyl sulfone acids. That is, only the amino alkyl sulfone acid is dissolved distilling water, excluding, and adding the hydrochloric acid afterwards and an inorganic salt is according to the furnace. A target thing is extracted by concentrating the hydrochloric acid solution including this amino alkyl sulfone acid, and adding alcohol to this, and this can be taken out by the filtration. Thus, the amino alkyl sulfone acids of high purity can continuously be manufactured from high yield by extremely safe, handling easily according to the process of manufacture of this invention, and using a cheap raw material.

The execution example or less and it explains this invention more in detail according to the execution example. Moreover, it is weight % in % to mention it specially. The measurement of IR and the NMR spectrum is Hitachi Ltd. \* Infrared Spectorhotomatar 270?30 type and Japan Electron Optics Laboratory \* N?. IR and spectrometer P gate  $\chi$  60 SI type were used.

#### Execution example 1

1000m4 Roseparablfrasco that applied the reactive liquid outlet, the agitator, the reflux condenser, the N2 blowing in mouth, and 2 liquid introduction tubes was heated to 55°C, and hydrochloric acid salt water solution 5.75g/Hr of sub-sodium sulfide solution 26.6g/Hr of 18.5%(0,039 moles) that dissolved under the N2 current of air and two ? Croletilamin of 75%(0,037 moles) was supplied continuously respectively with another metering pump. The same amount of reactive liquid was continuously pulled out from the reactive liquid outlet 20 hours after the supply beginning, it supplied to a reactive machine of this shape separately prepared beforehand continuously below 55°C, and a reactive liquid was gathered from the first material provisioning 40 hours after. The above-mentioned reacted all under the N2 atmosphere. It was To in this after water had been removed in addition of 50d under decompression this liquid against a deep hydrochloric acid's 100g it as for the generated taurine. An inorganic salt was washed and according to the furnace and an inorganic salt were washed several times by ten deep hydrochloric acid ?. Decompression under 100 of the mixture of furnace Eki and Araeki The taurine was extracted concentrating to d, and adding ethanol 100Id. It filtered, it dried under decompression, and the taurine was obtained at the rate of 4.40g/Hr(95%). IR and the NMR spectrum were corresponding to standard goods. Moreover, the result of the elemental analysis was as follows.

#### CHN S

1.9 and I (%)25 5.78 11.06 ..theory value (.. ..example of executing 25.5B.. by %H9,195, 6411,1925, and 62 analyses with a device similar to example 1 of two executions it, 60 'It was 22.2 instead of the sub-sodium sulfide solution of 18.5% that dissolved to the reactive machine heated to C as for the sub-potassium sulfate solution It was 4.43 instead of g/Hr (0,029 moles) and two ? Croletilamin of 75% as for the solution of the hydrochloric acid salt of N? methylic ?? Croletilamin of 82.0% g/Hr (0,028 moles) was continuously supplied. A reactive liquid of the amount of the supply and amount was continuously pulled out from the reactive liquid outlet 25 hours after the supply beginning, it supplied to a reactive machine of this shape prepared beforehand below 60°C, and a reactive liquid was gathered from the first material provisioning 50 hours after. Other conditions and processing

do as well as execution example 1, and are N?. It obtained it at the rate of methylic taurine 3.57g/Hr(98,2%). IR and the NMR spectrum were corresponding to standard goods. Moreover, the result of the elemental analysis was as follows.

I(%) 25.89 6.52 1Q and 06 25.67 ..value (%).. 23.04 analyses 6.4 10.20 N S theory C1 ((23.11

#### Execution example 3

The solution of the hydrochloric acid salt of two ? Croletilamin of the taking the place 80.9% of two ? Croletilamin of 75% was supplied to the reactive machine heated to 60°C with 6.258/Hr (0,033 moles) with a device similar to execution example 1. A reactive liquid was pulled out 21 hours after the supply beginning, it supplied to this shape reaction machine continuously in addition below 60°C, and a reactive liquid was gathered from the first material provisioning 42 hours after. Other conditions and processing do as well as execution example 1, and are β?. The ethyl taurine was obtained at the rate of 4.658/11r(92,0%).

IR and the NMR spectrum were corresponding to standard goods.

Moreover, the result of the elemental analysis was as follows.

#### HNS

...comparison example of 20.76.. one

Another who changed it into g/Hr (0,033 moles) did the condition and processing similar to execution example 1, and obtained 3.14g/Hr(68%) the taurine at the rate with a device similar to execution example 1.

Each result is shown in table 1 as follows.

#### Effect of invention

In the execution example that is the range of this invention, it is continuously ..amino alkyl sulfone acid.. producible in high yield.

Therefore, this invention is suitable to manufacture the amino alkyl sulfone acids industrially.

Table 1

## ⑫ 公開特許公報(A)

平4-149168

⑮ Int. Cl.<sup>5</sup>C 07 C 309/14  
303/02  
303/32

識別記号

庁内整理番号

8217-4H  
8217-4H  
8217-4H

⑬ 公開 平成4年(1992)5月22日

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全5頁)

⑭ 発明の名称 アミノアルキルスルホン酸類の製造法

⑰ 特 願 平2-272282

⑱ 出 願 平2(1990)10月12日

⑲ 発 明 者 萩 原 康 之 輔 千葉県茂原市東郷2142  
 ⑲ 発 明 者 関 充 一 千葉県夷隅郡大多喜町字筒原355-3  
 ⑲ 発 明 者 畝 塚 敏 昭 千葉県茂原市六ツ野2791-1  
 ⑲ 発 明 者 田 中 良 典 神奈川県横浜市栄区小菅谷ケ町1612  
 ⑲ 出 願 人 三井東圧化学株式会社 東京都千代田区霞が関3丁目2番5号

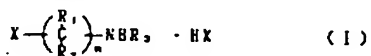
## 明 細 書

## 1. 発明の名称

アミノアルキルスルホン酸類の製造法

## 2. 特許請求の範囲

## (1) 一般式(1)



(式中、 $R_1$ 、 $R_2$ および $R_3$ は水素原子、炭素数1～3のアルキル基または水酸基を有する炭素数1～3のアルキル基を示し、互いに同一であっても異なってもよい。 $X$ は塩素、臭素またはヨウ素を示し、 $n$ は2または3の整数を示す)で表されるハロゲン化アルキルアミン類のハロゲン化水素酸塩1モルと一般式(II)



(式中、 $M$ はアルカリ金属イオンまたはアンモニウムイオンを示す)で表される亜硫酸塩1.0～1.5モルの割合で連続的に反応器に供給し、0～100℃の温度にて反応させ連続的に反応液を抜き出すことを特徴とする

## 一般式(II)



(式中、 $R_1$ 、 $R_2$ 、 $R_3$ および $n$ は一般式(1)の場合と同じ意味を示す)で表されるアミノアルキルスルホン酸類の製造法

## 3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明はアミノアルキルスルホン酸類を高収率で連続的に製造する方法に関する。

アミノアルキルスルホン酸類は医薬品、界面活性剤、PH緩衝剤等の中間原料として有用な化合物であり、なかでも、2-アミノエチルスルホン酸はそのもの自体解毒、疲労回復、滋養強壮等の薬理作用があり極めて有用な化合物である。

(従来の技術)

従来、アミノアルキルスルホン酸類を製造するにあたり

①エチレンジアミンに亜硫酸ガスと水を反応させる方法(特公昭40-23007、特公昭47-16807)



②、2-2置換チアゾリンを過酸化水素で酸化する方法(特開昭57-26654)が知られているが、

①の方法では、原料として極めて毒性が強く発がん性もあり、かつ高価なエチレンジアミンおよび吸入すると胸痛、咳、呼吸困難を起こす亜硫酸ガスを用いるため、安全上問題がある。また、極度の発熱反応であり工業的生産にあたっては反応制御上にも大きな問題がある。

②の方法についても取扱上危険性の大きい過酸化水素を用いるため安全上問題がある。さらに副生するケトン類の回収、リサイクルが必要となり操作が煩雑である。

次いで、安全上問題の少ない方法として

③ 2-ハロゲンエチルアミンのハロゲン化水素酸塩と亜硫酸塩とを反応させる方法(Ind. Eng. Chem., 39 906(1947); J. Am. Chem. Soc., 58 191(1936))が知られている。

しかしながら、この方法にも次のような欠点を持している。2-ブロムエチルアミンでは収率80%と比較的高い収率であるが、工業化するにはな

お不十分であり、さらに収率を高くするためには大過剰の亜硫酸塩を必要とし、その分離、回収が大変である。

そして、その改良法として

(1) 加熱した亜硫酸塩の水溶液中にハロゲン化アルキルアミンを分割添加することより副反応を制御する方法(特開昭57-155284)。

(2) 加熱した亜硫酸塩の水溶液中にハロゲン化アルキルアミンを分割添加したのちに、反応温度を段階的に昇温させて反応させる方法(特開昭60-23361)がある。

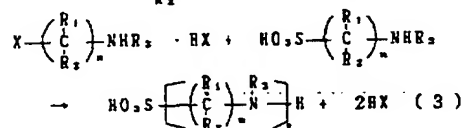
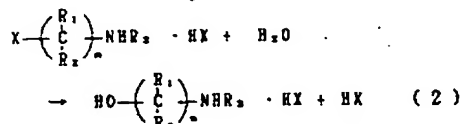
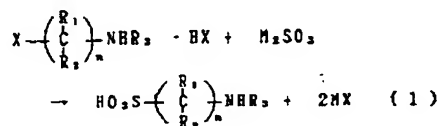
しかしながら、どちらの方法においても副反応の制御についてのみ記載されており、工業的に製造するには、反応形式は回分式反応となり、操作上煩雑となり好ましくない。

(発明が解決しようとする課題)

本発明者らは、原料が極めて安全で、かつ取扱易い方法について工業的に製造する手段を提供するものである。

(課題を解決するための手段)

まず、亜硫酸塩とハロゲン化アルキルアミン類との反応系においては次に示す三種の反応が起こっていることが既知である。

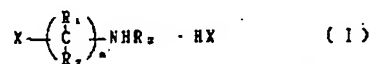


反応式(1)で示される主反応は、還流条件下では短時間で合成できるが、反応式(2)(3)で示す副反応生成物ができやすく、先に記載した改良法(1)および(2)なる方法では、反応時間がかかり過ぎて工業的大量生産には不向きであることを確認し、この点を再度改良すべく鋭意検討した。

その結果、ほぼ反応に当量の亜硫酸塩の水溶液とハロゲン化アルキルアミン類のハロゲン化水素

酸塩を連続的に反応器に供給し、一定時間反応させ抜き出しを行うことで高純度のアミノアルキルスルホン酸類を大量にかつ高収率に安価に製造しうることを見出し、本発明を完成させるに至った。

すなわち、本発明は、一般式(I)



(式中、 $R_1$ 、 $R_2$ および $R_3$ は水素原子、炭素数1~3のアルキル基または水酸基を有する炭素数1~3のアルキル基を示し、互いに同一であっても異なってもよい。Xは塩素、臭素またはヨウ素を示し、nは2または3の整数を示す)で表されるハロゲン化アルキルアミン類のハロゲン化水素酸塩1モルと一般式(II)



(式中、Mはアルカリ金属イオンまたはアンモニウムイオンを示す)で表される亜硫酸塩 1.0~1.5モルの割合で連続的に反応器に供給し、0~100℃の温度にて一定時間反応させ連続的に反応液を抜き出すことを特徴とする一般式(III)



(式中、 $\text{R}_1$ 、 $\text{R}_2$ 、 $\text{R}_3$ および $n$ は一般式(1)の場合と同じ意味を示す)で表されるアミノアルキルスルホン酸類の製造法に関するものである。

本発明の方法で用いる亜硫酸塩としては、亜硫酸ナトリウム、亜硫酸カリウムまたは亜硫酸アンモニウムである。

また、ハロゲン化アルキルアミンとしては、2-ハロゲノエチルアミン、N-メチル-2-ハロゲノエチルアミン、N-エチル-2-ハロゲノエチルアミン、N-(2-ヒドロキシエチル)-2-ハロゲノエチルアミン、N-プロピル-2-ハロゲノエチルアミン、3-ハロゲノプロピルアミン、N-メチル-3-ハロゲノプロピルアミン、2-ハロゲノプロピルアミン、N-(2-ヒドロキシプロピル)-2-ハロゲノプロピルアミン、1-メチル-2-ハロゲノエチルアミン、2-ハロゲノブチルアミン等である。これらの化合物においてハロゲンは、塩素、臭素およびヨウ素のい

れであってもよい。これらの化合物は公知の方法、すなわち、①アルカノールアミンに塩化チオニルを反応させる方法(Ger. Offen, 2701215(1978))、②アルカノールアミンにハロゲン化水素酸を作用させる方法等により容易に製造できる。

本発明の方法は、所定の温度に加熱した反応器に、加熱した亜硫酸塩の水溶液を所定の供給速度で連続的に、あるいは断続的に分割して添加し、同時にハロゲン化アルキルアミン類のハロゲン化水素酸塩をそのまま、あるいは水溶液として所定の供給速度で連続的に、あるいは断続的に分割して添加し、同時に、反応器から連続的に、あるいは断続的に反応液を抜き出し、目的とするアミノアルキルスルホン酸類の水溶液を得る。ハロゲン化アルキルアミン類のハロゲン化水素酸塩は吸湿性のものが多いため、水溶液として供給する方が操作上容易である。

亜硫酸塩の水溶液の濃度は10%から飽和までの濃度が好ましい。10%未満の濃度でも反応は十分に進行するが、工業的には反応装置が大型となり

経済的でない。亜硫酸塩を飽和以上としスラリー状態としても差支えないが、反応液中から亜硫酸塩を回収する操作が必要となるため余り好ましくはない。

また、ハロゲン化アルキルアミン類のハロゲン化水素酸塩の水溶液の濃度は、10%から飽和までが好ましい。10%未満でも差支えないが、工業的には装置が大型化するので経済的ではない。

亜硫酸塩の供給速度は対応するハロゲン化アルキルアミン類のハロゲン化水素酸塩の供給量に対し1.0~1.5倍当量の速度で供給し、好ましくは1.05~1.25倍当量の速度である。1当量未満では、過剰のハロゲン化アルキルアミン類が好ましくない副反応を起こすため収率低下をまねく。また、1.5倍当量越えると過剰の亜硫酸塩の回収、廃棄などが問題となり好ましくない。

ハロゲン化アルキルアミン類のハロゲン化水素酸塩の供給時の反応温度は0~100℃が好ましく、さらに好ましくは40~70℃である。40℃未満でも反応は進行するが、反応時間、すなわち滞留時

間が長くなり反応器の大型化や複数の反応器が必要となる。70℃越えると副反応の制御効果が少なくなり収率が悪くなる。さらに滞留時間については10~70時間が好ましく、さらに好ましくは40~70℃の範囲においては15~50時間が好ましい。15時間未満では反応は不十分となり高収率で目的とするアミノアルキルスルホン酸が得られない。

反応液の抜き出しは、原料であるハロゲン化アルキルアミン類のハロゲン化水素酸塩と亜硫酸塩の水溶液の供給量と略同じ量だけ連続的に、あるいは断続的に行なうが滞留時間の調整は、原料の供給量に合わせて反応装置の大きさや、液面等により行なう。

反応後は、反応液からアミノアルキルスルホン酸類を単離する方法は既知である。すなわち、水を蒸留して除き、その後塩酸を加えてアミノアルキルスルホン酸だけを溶解し無機塩をろ別する。このアミノアルキルスルホン酸を含む塩酸溶液を濃縮し、これにアルコールを加えることによって目的物を析出させ、これをろ過によって取り出す。

ことができる。

このようにして、本発明の製造方法により、極めて安全でかつ取扱い易く、しかも安価な原料を用いて高収率で高純度のアミノアルキルスルホン酸類を連続的に製造することができる。

#### (実施例)

以下、実施例によって本発明を更に詳細に説明する。又、%は特記する以外は重量%である。

尚、IRおよびNMRスペクトルの測定は、日立製作所製 Infraredスペクトロホトメーター 270-30型 および日本電子製 NMR.スペクトロメーターPMX 60 SI 型を用いた。

#### 実施例 1

反応液排出口、攪拌機、還流冷却器、 $N_2$ 吹き込み口、および2本の液導入管をつけた1000 $\text{cm}^3$ 四つ口セパラブルフラスコを55℃に加熱し、 $N_2$ 気流下にて溶解した18.5%の亜硫酸ナトリウム水溶液 26.6 g / Hr (0.039モル) および75%の2-クロルエチルアミンの塩酸塩水溶液 5.75 g / Hr (0.037モル) をそれぞれ別の定量ポンプを用い、連続的

反応器に溶解した18.5%の亜硫酸ナトリウム水溶液の代わりに亜硫酸カリウム水溶液を22.2 g / Hr (0.029モル) および75%の2-クロルエチルアミンの代わりに82.0%のN-メチル-2-クロルエチルアミンの塩酸塩の水溶液を4.43 g / Hr (0.028モル) を連続的に供給した。供給開始から25時間後に反応液排出口から供給量と同じ量の反応液を連続的に抜き出し、前以って用意した同形の反応器に60℃下で供給し、最初の原料供給から50時間後に反応液を採取した。他の条件および処理は、実施例1と同様に行い、N-メチルタウリン 3.57 g / Hr (98.2%) の割合で得られた。IRおよびNMRスペクトルは標準品と一致した。

また、元素分析の結果は以下の通りであった。

	C	H	N	S
理論値 (%)	25.89	6.52	10.06	23.04
分析値 (%)	25.67	6.4	10.20	23.11

#### 実施例 3

実施例1と同様の装置を用い、60℃に加熱した反応器に75%の2-クロルエチルアミンの代わり

に供給した。供給開始から20時間後に、反応液排出口から供給量と同じ量の反応液を連続的に抜き出し、前以って別に用意した同形の反応器に55℃下で連続的に供給し、最初の原料供給から40時間後に反応液を採取した。以上の反応は全て $N_2$ 雰囲気で行った。この液を減圧下で水を除去したのち、これに濃塩酸を100gに対し50 $\text{cm}^3$ 加え生成したタウリンを溶解した。無機塩をろ別し、さらに無機塩を濃塩酸10 $\text{cm}^3$ で数回洗浄した。ろ液と洗液を混合し、減圧下100  $\text{cm}^3$ まで濃縮し、エタノール100  $\text{cm}^3$ を加えてタウリンを析出させた。ろ過し減圧下で乾燥し、タウリンが4.40 g / Hr (95%) の割合で得られた。IRおよびNMRスペクトルは標準品と一致した。

また、元素分析の結果は以下の通りであった。

	C	H	N	S
理論値 (%)	19.19	5.64	11.19	25.62
分析値 (%)	19.25	5.78	11.06	25.58

#### 実施例 2

実施例1と同様の装置を用い、60℃に加熱した

80.9%の2-クロルブチルアミンの塩酸塩の水溶液を6.25 g / Hr (0.033モル) で供給した。供給開始から21時間後に反応液を抜き出し、さらに同形反応器に60℃下で連続的に供給し、最初の原料供給から42時間後に反応液を採取した。他の条件および処理は実施例1と同様に行い、 $\beta$ -エチルタウリンを4.65 g / Hr (92.0%) の割合で得られた。IRおよびNMRスペクトルは標準品と一致した。

また、元素分析の結果は以下の通りであった。

	C	H	N	S
理論値 (%)	31.36	7.24	9.14	20.93
分析値 (%)	31.49	7.05	9.22	20.76

#### 比較例 1

実施例1と同様の装置を用い、18.5%の亜硫酸ナトリウム水溶液の供給量を26.6 g / Hr (0.039モル) から 22.3 g / Hr (0.033モル) に変える他は実施例1と同様の条件および処理を行い、タウリンを3.14 g / Hr (68%) の割合で得られた。

以下、それぞれの結果を第1表に示す。

## (発明の効果)

本発明の範囲内である実施例では、アミノアルキルスルホン酸を高収率で連続的に製造できる。

したがって本発明は、アミノアルキルスルホン酸類を工業的に製造するのに好適である。

第1表

	反 応 条 件			
	亜硫酸塩モル比 対ハロゲン 化アルキルアミンの水素酸塩	温度 ℃	反応時間 Hr	収率 重量%
実施例1	1.054	55	40	95.0
実施例2	1.036	60	50	98.2
実施例3	1.152	60	42	92.0
比較例1	0.892	55	40	68.0

特許出願人 (312) 三井東圧化学株式会社